

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-068569  
(43)Date of publication of application : 03.03.2000

(51)Int.Cl. H01L 43/08  
G11B 5/39  
H01F 10/32

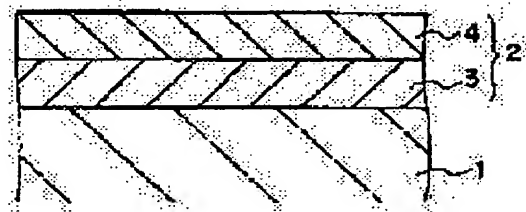
(21)Application number : 10-234578 (71)Applicant : TOSHIBA CORP  
(22)Date of filing : 20.08.1998 (72)Inventor : YOSHIKAWA MASAHISA  
FUKUYA HIROMI  
SAITO KAZUHIRO  
IWASAKI HITOSHI

## (54) EXCHANGE COUPLED FILM AND MAGNETO RESISTIVE EFFECT ELEMENT USING THE SAME

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the blocking temperature, exchange coupling magnetic field of an exchange coupled film by improving the characteristics of antiferromagnetic film composed of an Mn alloy having a high corrosion resistance and a high heat characteristic and, at the same time, to improve the output characteristic and long-term reliability of a magneto resistive element.

SOLUTION: A exchange coupled film 2 is provided with an antiferromagnetic film 3 composed of an antiferromagnetic alloy which contains R-Mn (where, R represents at least one kind of element selected from among Ir, Rh, Pt, Au, Ag, Co, Pd, Ni, Cd, G, Ru, Re, and Cu) and has a face-centered cubic crystal structure and an exchange coupled ferromagnetic film 4 with the film 3. The antiferromagnetic film 3 has such a distinctive feature that its (111)-face is grown in parallel with the surface of the film and the half-value width of the locking curve at the (111)-peak by X-ray diffraction is  $\leq 10.0^\circ$ . A magnetoresistive effect element is provided with the above-mentioned film and electrodes which make an electric current to flow to at least the ferromagnetic film.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 29.03.2001  
[Date of sending the examiner's decision of rejection]  
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]  
[Date of final disposal for application]  
[Patent number]  
[Date of registration]  
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-68569

(P2000-68569A)

(43)公開日 平成12年3月3日(2000.3.3)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テロト* (参考)
H 0 1 L 43/08		H 0 1 L 43/08	Z 5 D 0 3 4
G 1 1 B 5/39		G 1 1 B 5/39	5 E 0 4 9
H 0 1 F 10/32		H 0 1 F 10/08	A

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 12 頁)

(21)出願番号	特願平10-234578	(71)出願人	000003078 株式会社東芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地
(22)出願日	平成10年8月20日(1998.8.20)	(72)発明者	吉川 将寿 神奈川県川崎市幸区堀川町72 株式会社東芝川崎事業所内
		(72)発明者	福家 ひろみ 神奈川県川崎市幸区堀川町72 株式会社東芝川崎事業所内
		(74)代理人	100077849 弁理士 須山 佐一

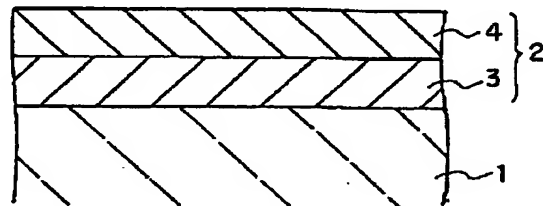
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 交換結合膜およびそれを用いた磁気抵抗効果素子

(57)【要約】

【課題】 耐食性や熱特性に優れるMn合金からなる反強磁性膜の特性を高めることによって、交換結合膜のブロッキング温度や交換結合磁界などの交換結合特性を向上させる。そのような交換結合膜を使用することによって、磁気抵抗効果素子の出力特性や長期信頼性を向上させる。

【解決手段】 R-Mn (RはIr、Rh、Pt、Au、Ag、Co、Pd、Ni、Cr、Ge、Ru、ReおよびCuから選ばれる少なくとも1種の元素)を含み、かつ面心立方晶構造を有する反強磁性合金からなる反強磁性膜3と、これと交換結合された強磁性膜4とを具備する交換結合膜2であって、反強磁性膜3はその(111)面が膜面に平行に成長しており、かつX線回折による(111)ピークのロックングカーブ半値幅が10.0度以下である。磁気抵抗効果素子、上記した交換結合膜と、この交換結合膜のうち少なくとも強磁性膜に電流を流す電極とを具備する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 R-Mn (ただし、RはIr、Rh、Pt、Au、Ag、Co、Pd、Ni、Cr、Ge、Ru、ReおよびCuから選ばれる少なくとも 1種の元素を示す) を含み、かつ少なくとも面心立方晶構造を有する合金を用いた反強磁性膜と、前記反強磁性膜と交換結合された強磁性膜とを具備する交換結合膜において、前記反強磁性膜は、その (111)面が膜面に略平行に成長しており、かつX線回折による (111)ピークのロッギングカーブ半値幅が10.0度以下であることを特徴とする交換結合膜。

【請求項 2】 請求項 1 記載の交換結合膜において、前記反強磁性膜は、前記 (111)面の膜面内の方位が無秩序であり、かつ平均結晶粒径が 3~50nmの範囲であることを特徴とする交換結合膜。

【請求項 3】 R-Mn (ただし、RはIr、Rh、Pt、Au、Ag、Co、Pd、Ni、Cr、Ge、Ru、ReおよびCuから選ばれる少なくとも 1種の元素を示す) を含み、かつ少なくとも面心立方晶構造を有する合金を用いた反強磁性膜と、前記反強磁性膜と交換結合された強磁性膜とを具備する交換結合膜において、前記反強磁性膜は、その (111)面が膜面に略平行に成長しており、かつX線回折による (111)ピークのロッギングカーブ半値幅が 7.0度以下であると共に、膜厚が 3~20nmの範囲であることを特徴とする交換結合膜。

【請求項 4】 請求項 1 ないし請求項 3 のいずれか 1 項記載の交換結合膜において、前記強磁性膜は、強磁性体層/非磁性体層/強磁性体層の積層構造を含む磁性多層膜を有し、かつ前記強磁性体層にCoまたはCo系合金を用いたことを特徴とする交換結合膜。

【請求項 5】 請求項 1 ないし請求項 4 のいずれか 1 項記載の交換結合膜と、前記交換結合膜のうち少なくとも前記強磁性膜に電流を流す電極とを具備することを特徴とする磁気抵抗効果素子。

【請求項 6】 請求項 5 記載の磁気抵抗効果素子において、前記強磁性膜は、強磁性体層/非磁性体層/強磁性体層の積層構造を含む磁性多層膜を有し、かつ一方の前記強磁性体層が前記反強磁性膜により磁化固着されていることを特徴とする磁気抵抗効果素子。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、反強磁性膜と強磁性膜との交換結合膜と、この交換結合膜を用いた磁気抵抗効果素子に関する。

## 【0002】

【従来の技術】近年の磁気記録の高記録密度化により、磁気抵抗効果素子(MR素子)を使用した磁気ヘッドの研究が進められている。MR素子に用いられる磁気抵抗

効果膜(MR膜)としては、異方性磁気抵抗効果(AMR)を示すパーマロイ合金などが知られているが、AMR膜は磁気抵抗変化率(MR変化率)が約3%と小さいことから、これに代わるMR膜材料として、巨大磁気抵抗効果(GMR)を示す(Co/Cu)。などの人工格子膜やCoFe/Cu/CoFeなどのスピンバルブ膜が注目を集めている。

【0003】スピンバルブ膜は強磁性体層/非磁性体層/強磁性体層の積層構造からなるサンドイッチ膜を有し、一方の強磁性体層の磁化をピン止めすることによりGMRを得ている。このようなスピンバルブ膜の一方の強磁性体層(ピン層)の磁化のピン止めには、反強磁性膜と強磁性膜との交換結合を利用する技術が一般的に普及している。また、信号検知時のバルクハウゼンノイズを低減するために、他方の強磁性体層(フリー層)の磁区を除去する必要があるが、このような場合にも上記した交換結合が利用されている。

【0004】ところで、MR素子に交換結合膜を用いる際の条件は、最近の記録密度の向上に伴ってより厳しくなっている。具体的には、室温での大きな交換結合磁界、および良好な交換結合磁界の温度特性はもとより、MR素子やそれを用いた磁気ヘッドの形成プロセスに耐え得る耐食性や耐熱性が要求される。さらに、ハードディスクドライブに搭載される場合には、その動作環境温度で出力の安定性を確保するために、高いブロッキング温度(250℃以上)、および動作温度での十分大きな交換結合磁界(例えば 120℃で 150Oe 以上)が必要とされている。

【0005】代表的な反強磁性膜としては、 $\gamma$ -Mn系合金であるFeMn合金が知られている。しかし、FeMn合金は交換結合磁界が小さく、また交換結合力の消失温度であるブロッキング温度が 200℃以下と低い。さらに耐食性が悪く、特に水により腐食しやすいという問題を有している。

【0006】一方、交換結合特性や耐熱性に優れる反強磁性材料として、面心立方晶構造を有するIrMn合金(日本特許第 2672802号参照)、RhMn合金、PtMn合金(米国特許第 5,315,468号明細書参照)などのMn系合金が知られている。これらの反強磁性合金はFeMn合金よりブロッキング温度が高く、さらに大きな交換結合磁界および高耐食性を有している。

【0007】しかし、上述したように交換結合膜を用いたMR素子や磁気ヘッドの使用環境はさらに厳しい方向に進んでおり、動作時の環境温度は上昇している。また、高記録密度化に伴って、狭トラック化や狭ギャップ化が進んでいる。このような状況下では、IrMn合金やRhMn合金などの反強磁性膜を用いた交換結合膜においても、さらに良好な交換結合特性、すなわちより高いブロッキング温度、より大きな交換結合磁界、優れた交換結合磁界の温度特性が求められている。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 上述したように、交換結合膜を用いたMR素子や磁気ヘッドの使用環境がさらに厳しい方向に進んでいることから、IrMn合金やRhMn合金などの反強磁性膜を用いた交換結合膜には、より一層高いブロッキング温度や室温および高温域でより大きな交換結合力を示すことが求められている。

【0009】 本発明はこのような課題に対処するためになされたもので、耐食性や熱特性に優れるMn合金からなる反強磁性膜の特性を高めることによって、ブロッキング温度や交換結合磁界などの交換結合特性をより一層向上させた交換結合膜を提供することを目的としており、さらにそのような交換結合膜を使用することによって、安定した出力と長期信頼性を備えた磁気抵抗効果素子を提供することを目的としている。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】 本発明の交換結合膜は、請求項1に記載したように、R-Mn（ただし、RはIr、Rh、Pt、Au、Ag、Co、Pd、Ni、Cr、Ge、Ru、ReおよびCuから選ばれる少なくとも1種の元素を示す）を含み、かつ少なくとも面心立方晶構造を有する合金を用いた反強磁性膜と、前記反強磁性膜と交換結合された強磁性膜とを具備する交換結合膜において、前記反強磁性膜はその(111)面が膜面に略平行に成長しており、かつX線回折による(111)ピークのロッキングカーブ半値幅が10.0度以下であることを特徴としている。

【0011】 本発明の他の交換結合膜は、請求項3に記載したように、R-Mn（ただし、RはIr、Rh、Pt、Au、Ag、Co、Pd、Ni、Cr、Ge、Ru、ReおよびCuから選ばれる少なくとも1種の元素を示す）を含み、かつ少なくとも面心立方晶構造を有する合金を用いた反強磁性膜と、前記反強磁性膜と交換結合された強磁性膜とを具備する交換結合膜において、反強磁性膜はその(111)面が膜面に略平行に成長しており、かつX線回折による(111)ピークのロッキングカーブ半値幅が7.0度以下であると共に、膜厚が3~20nmの範囲であることを特徴としている。

【0012】 本発明の磁気抵抗効果素子は、請求項5に記載したように、上記した本発明の交換結合膜と、前記交換結合膜のうち少なくとも前記強磁性膜に電流を流す電極とを具備することを特徴としている。本発明の磁気抵抗効果素子において、強磁性膜は請求項6に記載したように、特に強磁性体層/非磁性体層/強磁性体層の積層構造を含む磁性多層膜を有し、かつ一方の前記強磁性体層が前記反強磁性膜により磁化固着されていることを特徴としている。

【0013】 本発明の交換結合膜においては、面心立方晶構造を有する合金からなる反強磁性膜の(111)ピークのロッキングカーブ半値幅を10.0度以下としている。こ

のような良好な配向性と結晶性を有する反強磁性膜を使用することによって、ブロッキング温度、交換結合磁界およびその温度特性を向上させることができる。すなわち、ブロッキング温度は結晶磁気異方性の熱的安定性で決まると考えられることから、良好な配向性および結晶性を有する反強磁性膜はブロッキング温度の向上に寄与する。また、交換結合磁界およびその温度特性についても、反強磁性膜の配向性および結晶性を高めることにより向上させることができる。

【0014】 また、上記したような交換結合膜を用いた本発明の磁気抵抗効果素子によれば、安定した出力が得られると共に、長期信頼性を向上させることができる。

## 【0015】

【発明の実施の形態】 以下、本発明を実施するための形態について説明する。

【0016】 図1は本発明の交換結合膜の一実施形態の構成を模式的に示す図である。基板1上に形成された交換結合膜2は、積層された反強磁性膜3と強磁性膜4とを有している。反強磁性膜3と強磁性膜4は、これらの間で交換結合が生じるように、少なくとも一部が積層するように形成される。

【0017】 なお、反強磁性膜3と強磁性膜4との積層順は用途に応じて設定される。図1は強磁性膜4が反強磁性膜3の上側に配置された状態を示しているが、反強磁性膜3は強磁性膜4の上側に配置してもよい。また、反強磁性膜3と強磁性膜4とを多重積層した積層膜で交換結合膜を構成することも可能である。

【0018】 反強磁性膜3は、Ir、Rh、Pt、Au、Ag、Co、Pd、Ni、Cr、Ge、Ru、ReおよびCuから選ばれる少なくとも1種のR元素と、Mnとを少なくとも含む反強磁性合金からなる。反強磁性合金の具体例としては、

一般式： $R_x Mn_{100-x}$  ……(1)

（式中、xは $2 \leq x \leq 50$ at%を満足する数を示す）で実質的に表されるRMn合金や、

一般式： $(R_x Mn_{1-x'})_{100-y} Fe_y$  ……(2)

（式中、x'は $0.02 \leq x' \leq 0.50$ を満足する数を、yは $0 < y < 30$ at%を満足する数を示す）で実質的に表されるRMnFe合金などが挙げられる。なお、以下ではRMn合金およびRMnFe合金を総称してRMn系合金と記す。

【0019】 これら反強磁性合金の結晶構造は、R元素の種類や組成に応じて面心立方晶構造、面心正方晶構造、体心立方晶構造または体心正方晶構造となるが、本発明では少なくとも面心立方晶構造（fcc構造）を有するRMn系合金を用いる。少なくとも面心立方晶構造を有するRMn合金は、特に高いネール温度を有することから、交換結合膜2のブロッキング温度を向上させることができる。

【0020】 上述した(1)式で示されるRMn合金にお

いて、R元素量を規定するxの値は面心立方晶構造を得る上で2~50at%の範囲とすることが好ましい。R元素量が少なすぎると耐食性が低下する傾向があることから、R元素量は2at%以上とすることが好ましい。xの値は5~40at%の範囲とすることがさらに好ましい。また、R元素としては面心立方晶構造が安定となりやすい、Ir、Rh、Au、Ag、Co、Ge、Ru、Re、Ptなどを使用することが好ましい。

【0021】ただし、バルクでは面心正方晶構造などが安定となりやすいRMn合金であっても、面心立方晶構造を有するCuなどからなる下地膜上、また同様に面心立方晶構造を有するFe、Co、Niやこれらの合金などを主体とする強磁性膜4上に、RMn合金からなる反強磁性膜3をエピタキシャル的に成長させる場合には、少なくとも面心立方晶構造を有するRMn合金膜を得ることができる。

【0022】(2)式で表されるRMnFe合金においても、R元素量を規定するx'の値は同様な理由から0.02~0.50の範囲とすることが好ましく、さらに好ましくは0.05~0.40の範囲である。RMnFe合金中のFeは、RMn合金と強磁性膜4との格子整合性を良好にして、交換結合膜2の交換結合力を大きくする作用を有する。ただし、Feの含有量が30at%以上になると耐食性が大きく低下するため、Feの含有量は30at%未満とすることが好ましい。より好ましいFe量は $0.01 \leq y \leq 25at\%$ の範囲である。

【0023】RMn系合金からなる反強磁性膜3は、さらにTa、Hf、Ti、Nb、Si、Al、W、Zr、Ga、Be、In、Sn、V、Mo、Ru、Os、Cd、ZnおよびNから選ばれる少なくとも1種の成分を含有していてもよい。RMn系合金においては、上述した組成範囲や結晶構造などに基いて、従来のFeMn合金に比べて十分良好な耐食性が得られているが、このような添加成分を含有させることで一段と耐食性を向上させることができる。ただし、上記したような添加成分をあまり多量に含有すると、交換結合膜2の交換結合力が低下するおそれがあるため、上記したような元素の配合量はRMn系合金に対して50at%以下とすることが好ましく、さらに好ましくは30at%以下である。

【0024】上述したような面心立方晶構造を有するRMn系合金は、膜形成プロセスにおいて容易に(111)面が膜面と平行になるように成長((111)優先配向)させることができ、また熱力学的な結晶構造エネルギー的にも安定である。なお、(111)面が膜面に平行に成長していることは、X線回折による $\theta-2\theta$ スキャンにおいて(111)面に起因するピークが存在し、その積分強度が他のピークの積分強度よりも大きいことにより確認することができる。

【0025】そして、(111)面を膜面に平行に成長させたRMn系合金からなる反強磁性膜3は、X線回折によ

る(111)ピークのロッキングカーブ半値幅が10.0度以下とされている。X線回折による(111)ピークのロッキングカーブ半値幅が10.0度以下ということは、反強磁性膜3が良好な配向性と良好な結晶性を有することを意味する。このように、反強磁性膜3の配向性および結晶性を高めることによって、良好なブロッキング温度を安定して付与することが可能となる。

【0026】一般的に、ブロッキング温度は結晶磁気異方性の熱的安定性で決まると考えられている。従って、良好な配向性を有する結晶性のよい反強磁性膜3は、交換結合膜2の高ブロッキング温度化に寄与する。また、磁気抵抗効果素子を用いた磁気ヘッドに必要とされるブロッキング温度(250℃)をより再現性よく確保するためには、反強磁性膜3の(111)ピークのロッキングカーブ半値幅を7.0度以下とすることが好ましい。

【0027】さらに、良好な配向性および結晶性を有する反強磁性膜3を用いることによって、交換結合膜2の交換結合磁界の値自体を高めることができると共に、交換結合磁界の温度特性を向上させることが可能となる。温度と交換結合磁界との関係において、図11のような上に凸の曲線を描くことが高熱安定性の指標となる。交換結合膜2がこのような特性を有することによって、室温での大きな交換結合磁界が高温でも安定に維持される。(111)ピークのロッキングカーブ半値幅を10.0度以下である反強磁性膜3を用いた交換結合膜2によれば、上記したような優れた交換結合磁界の温度特性を安定して得ることができる。

【0028】交換結合膜2を磁気ヘッドに適用される磁気抵抗効果素子に用いる場合には、例えば120℃で150 Oe以上の交換結合磁界が必要とされることから、このような特性をより再現性よく確保する上で、反強磁性膜3の(111)ピークのロッキングカーブ半値幅は5.0度以下とすることがさらに好ましい。

【0029】なお、反強磁性膜3の(111)面の配向度はX線回折のロッキングカーブで評価することができるが、その他の方法として電子顕微鏡を用いても評価可能である。すなわち、反強磁性膜3の(111)面と平行となるように、交換結合膜2の断面に対して電子線を入射(例えば[110]入射(図2))し、その際の電子回折像の(111)面に起因する回折点の広がり、図3に示すようにダイレクト電子入射点を中心にした角度( $\theta$ )として30.0度以下である場合に、(111)ピークのロッキングカーブ半値幅を10.0度以下としたときと同様な配向性を有している。交換結合膜2を磁気ヘッドに適用される磁気抵抗効果素子に用いる場合には、電子回折像の(111)回折点の広がり15.0度以下であることが好ましい。この際の入射電子ビームとして1.0nm程度に収束させたナノビームを用いることによって、各結晶粒の配向の傾きを調べることもできる。

【0030】上述したような反強磁性膜3の平均結晶粒

径は、その面内配向度に応じて設定することが好ましい。例えば、反強磁性膜 3 の (111) 面の膜面内の方位が無秩序である場合、その平均結晶粒径は 3nm 以上 50nm 以下とすることが好ましい。図 4 に示すように、(111) 面の面内方位がランダムな反強磁性膜 3 では、結晶粒界で様々な粒界傾角を形成するために、結晶粒間の磁氣的結合の効果が薄れ、磁区境界は結晶粒界と重なる確率が高くなる。このため、結晶磁気異方性の大きさおよび結晶粒内の面内磁区構造が交換結合磁界の大きさを決定する要因となる。

【0031】このような場合に、反強磁性膜 3 の平均結晶粒径が 3nm 未満であると、結晶磁気異方性が小さすぎるため、交換結合磁界が著しく小さくなるか、あるいは発生しない。一方、反強磁性膜 3 の平均結晶粒径が 50nm より大きいと結晶粒内に多数の磁区が形成され、それらが粒内で環流するような安定磁区構造をとることにより、マクロな交換結合磁界を担う界面の割合が減少する。このため、交換結合磁界が著しく小さくなるか、あるいは発生しなくなる。言い換えると、反強磁性膜 3 の平均結晶粒径が 3~50nm の場合に、交換結合膜 2 の交換結合磁界を高めることができる。

【0032】また、上記した平均結晶粒径の範囲内では、平均結晶粒径が大きくなるにつれて、交換結合磁界は小さくなる傾向を示す。交換結合膜 2 を磁気抵抗効果素子に適用する場合には、室温で十分に大きな交換結合磁界（例えば 300Oe 以上）が必要であることから、反強磁性膜 3 の平均結晶粒径は 5nm 以上 20nm 以下とすることが特に好ましい。磁気抵抗効果素子に用いる場合、反強磁性膜 3 の平均結晶粒径が小さい方がその電気比抵抗を大きくすることができるため、反強磁性膜 3 への分流が減少し、より高い MR 変化率が発現する。従って、反強磁性膜 3 の平均結晶粒径は 7nm 以上 10nm 以下であることがさらに好ましい。

【0033】ここで、反強磁性膜 3 の平均結晶粒径は、X 線回折における (111) ピークの半値幅を用い、Scherrer の式を用いて計算される。この方法は結晶粒径に対して膜厚が大きい場合に適用する。この場合、面内の結晶粒径と面に対して垂直方向の結晶粒径が等しいと考える。仮に、面内における結晶粒径が反強磁性膜 3 の膜厚よりも大きい場合には、上記の方法は適用せずに、面内の平均結晶粒径を適用する。この場合、反強磁性膜 3 の平均結晶粒径は、電子顕微鏡観察により評価する。まず、膜面におおよそ垂直な方向から電子線を入射して電子回折像を得て、それに制限視野絞りを入れた暗視野像を得ることにより評価することができる。

【0034】また、面内配向がランダムであることは、電子顕微鏡観察により得られる膜平面から垂直方向への電子線入射の電子回折像が、図 5 に示すように実質的に連続した少なくとも 1 種以上の電子回折リングを形成することで確認することができる。ここで、実質的な電子

回折リングとは、ダイレクト回折点を中心とする特定の面に起因する回折点のとぎれが少なくとも 10 度以下であることにより定義される。

【0035】上述したように、本発明の交換結合膜 2 を磁気ヘッドに適用される磁気抵抗効果素子に用いる場合には、反強磁性膜 3 の X 線回折による (111) ピークのロッギングカーブ半値幅は 7.0 度以下とすることが好ましく、また反強磁性膜 3 の膜厚を 3nm 以上 20nm 以下とすることが好ましい。(111) ピークのロッギングカーブ半値幅は 5.0 度以下とすることがさらに好ましい。このような条件を満たすことによって、膜形成プロセスの容易さ、室温での高い交換結合磁界、優れた交換結合磁界の温度特性、高いブロッキング温度、さらには高 MR 変化率を合わせ持つことが可能となる。

【0036】反強磁性膜 3 の膜厚を 3~20nm の範囲とすることによって、反強磁性膜 3 の平均結晶粒径を小さく抑えることができ、十分に大きな交換結合磁界を得られる。また、たとえ膜面内の平均結晶粒径が大きくなり電気比抵抗が小さくなったとしても、膜厚が 20nm 以下である場合には磁気抵抗効果素子に適用する際に十分に大きな MR 効果を得ることができる。さらに、より大きな MR 効果、高いブロッキング温度、大きな交換結合磁界を確保するためには、反強磁性膜 3 の膜厚を 5~15nm の範囲とすることが望ましい。

【0037】上述したような配向性を高めた反強磁性膜 3 は、例えばスパッタ法で成膜する際に、例えば Ar 圧を下げた状態でスパッタ成膜することにより再現性よく得ることができる。具体的には、平均自由行程が 3nm 以下のガス雰囲気中でスパッタ成膜することが好ましい。このようなガス雰囲気下で反強磁性膜 3 をスパッタ成膜することによって、反強磁性膜 3 の配向性を再現性よく高めることができる。また、バイアススパッタを適用することも有効である。バイアススパッタによれば、堆積時の原子の移動度が上がるため、反強磁性膜 3 の配向性を向上させることができる。

【0038】交換結合膜 2 において、強磁性膜 4 には Fe、Co、Ni やこれらの合金からなる単層構造の強磁性体層、強磁性的な性質を示す磁性多層膜やグラニュー膜などを用いることができる。具体的な強磁性膜 4 としては、異方性磁気抵抗効果膜 (AMR 膜) や、スピントラップ膜、人工格子膜、グラニュー膜、強磁性トンネル接合膜などの巨大磁気抵抗効果膜 (GMR 膜) などが挙げられる。

【0039】上述した強磁性体のうち、特に Co または Co 合金は RMn 系合金からなる反強磁性膜 3 と積層形成することで、ブロッキング温度の非常に高い交換結合膜 2 が得られることから好ましい。強磁性膜 4 が MR 膜である場合には、Co に Fe、Ni、その他の元素を添加した Co 合金は大きな MR 変化率を示すことから好ましく用いられる。



【0040】Co合金に添加する元素としては、上記したFeやNiの他に、Pd、Au、Ag、Cu、Pt、Ir、Rh、Ru、Os、Hfなどの1種または2種以上を用いることができる。これらの添加元素量は5〜50at%の範囲とすることが好ましい。さらには、Feを5〜40at%の範囲で含有させたCoFe合金を使用することが望ましい。CoFe合金は、強磁性膜4と反強磁性膜3との交換結合力を大きくする上で有利である。

【0041】このようなことから、強磁性膜4は面心立方晶構造を有するCo層またはCo合金層を有していることが好ましい。特に、CoFe合金のようなCo合金層は、Co単体以上の交換結合特性およびMR変化率が得られることから、強磁性膜4もしくはその一部として好適である。また、強磁性膜4を強磁性体層／非磁性体層／強磁性体層の積層構造を含む磁性多層膜で構成する場合、各強磁性体層はMR変化率を十分に大きな値にし、かつ高耐熱性を持たせるに、その膜厚を1nm以上とすることが好ましい。さらに同時に良好な交換結合特性を得るために、強磁性体膜の膜厚は1nm以上50nm以下とすることが好ましい。

【0042】交換結合膜2は、スパッタ法、蒸着法、MBE法などの各種公知の成膜方法を用いて、例えばガラス、樹脂などの非晶質基板、Si、MgO、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、アルチック(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・TiC)、フェライトなどの単結晶基板、配向基板、焼結基板などの各種基板1上に形成される。MR素子や磁気ヘッドなどに適用する場合には、それらの構造に応じた各種下地上に形成される。交換結合膜2の成膜方法は特に限定されるものではないが、反強磁性膜3の配向性を高める得る上で、前述した低圧ガス雰囲気下でのスパッタ成膜を適用することが好ましい。

【0043】上述した実施形態の交換結合膜2は、磁気抵抗効果素子(MR素子)における強磁性膜のバルクハウゼンノイズの除去、あるいは人工格子膜やスピナバルブ膜における強磁性体層の磁化固着などに有効に使用される。ただし、交換結合膜2の用途はMR素子に限られるものではなく、例えば強磁性膜からなる磁気ヨークの磁気異方性制御など、各種の用途に使用し得るものである。

【0044】次に、上述したような交換結合膜を使用した磁気抵抗効果素子(MR素子)の実施形態について、図6および図7を参照して説明する。なお、MR素子はHDDのような磁気記録装置の再生素子や磁界検出用センサなどとして有効であるが、これら以外に磁気抵抗効果メモリ(MRAM(Magnetoresistive random access memory))のような磁気記憶装置にも使用することができる。

【0045】図6は、本発明の交換結合膜を巨大磁気抵抗効果膜(GMR膜)の強磁性体層の磁化固着に適用したGMR素子10の一構成例を示している。GMR素子

10は強磁性膜としてGMR膜11を有している。すなわち、GMR素子10はスピナバルブ膜からなるGMR膜(スピナバルブGMR膜)11を有している。

【0046】スピナバルブGMR膜11は、強磁性体層12／非磁性体層13／強磁性体層14のサンドイッチ膜を有する。このうち、上側の強磁性体層14上に反強磁性膜3が積層形成されており、強磁性体層14と反強磁性膜3は交換結合膜を構成している。上側の強磁性体層14は、反強磁性膜3との交換結合力により磁化固着されたいわゆるピン層である。一方、下側の強磁性体層12は、磁気記録媒体などからの信号磁界(外部磁界)により磁化方向が変化するいわゆるフリー層である。

【0047】強磁性体層12は、必要に応じて磁性下地層15上に形成される。磁性下地層15は1種類の磁性膜で構成してもよいし、異なる種類の磁性膜の積層膜であってもよい。磁性下地層15としてはアモルファス系軟磁性体や、例えばNiFe合金、NiFeCo合金、これらに各種添加元素を添加した合金などの面心立方晶構造を有する軟磁性体が用いられる。さらに、アモルファス系軟磁性体と面心立方晶構造を有する軟磁性体との積層膜が好ましく用いられる。なお、図中16はTaなどからなる保護膜であり、必要に応じて形成される。

【0048】スピナバルブGMR膜11の両端部には、Cu、Ag、Au、Al、これらの合金などからなる一対の電極17が形成されている。この一対の電極17によりスピナバルブGMR膜11に電流(センス電流)が供給される。これらスピナバルブGMR膜11および一対の電極17によりGMR素子10が構成されている。なお、電極17はスピナバルブGMR膜10の下側に配置してもよい。スピナバルブGMR膜11は、後に詳述するように、必要に応じてハードバイアス膜などを有する。

【0049】強磁性体層12、14には、前述したようにCoまたはCo合金を用いることが好ましい。強磁性体層12、14間に配置される非磁性体層13には、各種の導電性非磁性材料を使用することができるが、スピン依存散乱の大きいCuを用いることが好ましい。

【0050】スピナバルブGMR膜11におけるピン層とフリー層の位置は、上下逆であってもよい。図7はピン層を下側に配置したスピナバルブGMR膜11を示している。このスピナバルブGMR膜11は、基板1側に反強磁性膜3が形成され、この反強磁性膜3上に強磁性体層14／非磁性体層13／強磁性体層12のサンドイッチ膜が形成されている。この場合、下側の強磁性体層14と反強磁性膜3とが交換結合膜を構成しており、下側の強磁性体層14がピン層、上側の強磁性体層12がフリー層である。

【0051】反強磁性膜3を基板1側に形成する場合、その結晶構造の安定性や結晶配向性を高めるために、反強磁性膜3は下地膜18上に設けることができるが、下

地膜 18 がなくても、RMn 系反強磁性合金は (111) 面を膜面に平行に成長させることができる。下地膜 18 としては、Ta、Zr、Nb、Cu、Cr、Hf、Ti など、あるいは面心立方晶構造を有する合金などが用いられる。

【0052】フリー層である強磁性体層 12 上には、必要に応じて軟磁性アシスト膜 19 が形成される。特に、強磁性体層 12 に CoFe 合金などの Co 合金を用いる場合には、NiFe 合金、NiFeX (X: Cr、Nb、Ta、Zr、Hf、W、Mo、V、Ti、Rh、Ir、Cu、Au、Ag、Mn、Re、Ru から選ばれる少なくとも 1 種の元素) 合金、CoZrNb 系、CoFeRe 系、CoFeAlO 系などのアモルファス磁性合金、FeZrN、CoFeTaN などの窒化微結晶合金、CoNbC、FeTaV などの炭化微結晶合金、あるいはこれらの積層膜などからなる軟磁性アシスト膜 19 を形成して、強磁性体層 12 の軟磁性を高めることが望ましい。

【0053】スピナル型 GMR 素子 10 において、一方の強磁性体層 14 の磁化固着に本発明の交換結合膜を使用した場合、前述したように室温での高い交換結合磁界、優れた交換結合磁界の温度特性、高いブロッキング温度が得られることから、ピン層の磁化固着状態が安定かつ強固となる。これによって、良好な GMR 特性、ひいては良好な出力を安定して得ることができ、GMR 素子 10 の長期信頼性を向上させることが可能となる。

【0054】なお、図 6 や図 7 に示した GMR 素子 10 において、GMR 膜 11 には強磁性体層と非磁性体層との多層積層膜を有する人工格子膜、強磁性トンネル接合膜などを用いることもできる。強磁性トンネル接合素子では、スピナル型の GMR 素子と同様に、一方の強磁性体層の磁化固着に反強磁性膜が用いられる。

【0055】さらに、本発明の交換結合膜は、異方性磁気抵抗効果膜 (AMR 膜) のパルクハウゼンノイズの除去などに適用することもできる。この場合、電流の方向と磁性膜の磁化モーメントの成す角度に依存して電気抵抗が変化する  $\text{Ni}_{1-x}\text{Fe}_x$  などの強磁性体膜 (AMR 膜) の両端部上にそれぞれ反強磁性膜を積層形成したり、あるいは強磁性体膜 (AMR 膜) と反強磁性膜とを交換バイアス磁界調整膜を介して積層する。これらは交換結合膜を構成し、それに基づいて AMR 膜の磁区を制御することによって、パルクハウゼンノイズの発生が抑制される。

【0056】次に、前述した実施形態の GMR 素子を、再生用 MR ヘッドおよびそれを用いた記録・再生一体型の磁気ヘッドに適用する場合の実施形態について、図 8 および図 9 を参照して説明する。

【0057】図 8 に示すように、Al、O、TiC などからなる基板 21 の主表面上には、Al、O、絶縁層

22 を介して、軟磁性材料からなる下側磁気シールド層 23 が形成されている。下側磁気シールド層 23 上には、Al、O、などの非磁性絶縁膜からなる下側再生磁気ギャップ 24 を介して、図 6 や図 7 に示した GMR 素子 10 が形成されている。

【0058】図中 25 はスピナル GMR 膜 11 にバイアス磁界を付与する CoPt 合金などからなる硬磁性膜である。また、一对の電極 17 は硬磁性膜 25 上に形成されており、スピナル GMR 膜 11 と一对の電極 17 とは硬磁性膜 25 を介して電気的に接続されている。スピナル GMR 膜 11 にバイアス磁界を付与する硬磁性膜 25 は、図 9 に示すように、予め下側再生磁気ギャップ 24 上に形成しておいてもよい。この場合には、一对の硬質磁性膜 25 上を含めて下側再生磁気ギャップ 24 上にスピナル GMR 膜 11 を形成し、その上に一对の電極 17 が形成される。

【0059】GMR 素子 10 上には、Al、O、などの非磁性絶縁膜からなる上側再生磁気ギャップ 26 が形成されている。さらにその上には、軟磁性材料からなる上側磁気シールド層 27 が形成されており、これらにより再生ヘッドとして機能するシールド型 GMR ヘッド 28 が構成されている。

【0060】シールド型 GMR ヘッド 28 からなる再生ヘッド上には、誘導型薄膜磁気ヘッド 29 からなる記録ヘッドが形成されている。シールド型 GMR ヘッド 28 の上側磁気シールド層 27 は、誘導型薄膜磁気ヘッド 29 の下部記録磁極を兼ねている。この上側磁気シールド層兼下部記録磁極 27 上には、Al、O、などの非磁性絶縁膜からなる記録磁気ギャップ 30 を介して、所定形状にパターンニングされた上部記録磁極 31 が形成されている。

【0061】このようなシールド型 GMR ヘッド 28 からなる再生ヘッドと、誘導型薄膜磁気ヘッド 29 からなる記録ヘッドとによって、録再一体型磁気ヘッド 32 が構成されている。なお、上部記録磁極 31 は記録磁気ギャップ上にトレンチを有する  $\text{SiO}_2$  絶縁層などを設け、このトレンチ内に埋め込み形成したものであってもよい。録再一体型磁気ヘッド 32 は、例えば半導体プロセスを利用して形状形成や分割などを行うことにより作製される。

【0062】この実施形態の録再一体型磁気ヘッド 32 におけるシールド型 GMR ヘッド 28 では、RMn 系合金からなる反強磁性膜と強磁性膜との交換結合膜が大きな交換結合磁界、良好な交換結合磁界の温度特性、および高いブロッキング温度を有することから、良好なヘッド特性を安定して得ることが可能となる。

【0063】上述したような録再一体型磁気ヘッドはヘッドスライダに組み込まれる。録再一体型磁気ヘッドを備えるヘッドスライダは、例えば図 10 に示す磁気ディスク装置などの磁気記録装置に搭載される。図 10 はロ



ータリーアクチュエータを用いた磁気ディスク装置40の概略構造を示している。

【0064】磁気ディスク41はスピンドル42に装着され、駆動装置制御源(図示せず)からの制御信号に応答するモータ(図示せず)により回転する。磁気ディスク41上を浮上した状態で情報の記録再生を行うヘッドスライダ43は、薄膜状のサスペンション44の先端に取り付けられている。

【0065】磁気ディスク41が回転すると、ヘッドスライダ43の媒体対向面(ABS)は磁気ディスク41の表面から所定の浮上量をもって保持される。ヘッドスライダ43は、上述した実施形態の録再一体型磁気ヘッドを具備するものである。

【0066】サスペンション44は、図示しない駆動コイルを保持するボビン部などを有するアクチュエータアーム45の一端に接続されている。アクチュエータアーム45の他端には、リニアモータの1種であるボイスコイルモータ46が設けられている。ボイスコイルモータ46は、アクチュエータアーム45のボビン部に巻き上げられた図示しない駆動コイルと、それを挟み込むように対向して配置された永久磁石および対向ヨークからなる磁気回路とから構成される。

【0067】アクチュエータアーム45は、固定軸47の上下2カ所に設けられた図示しないボールベアリングによって保持され、ボイスコイルモータ46により回転撓動が自在にできるようになっている。

【0068】

【実施例】次に、本発明の具体的な実施例およびその評\*

\* 価結果について述べる。

【0069】実施例1

まず、DCマグネトロンスパッタ装置を用いて、熱酸化Si基板上にそれぞれIrMn合金、RhMn合金、RuMn合金からなる膜厚15~30nmの反強磁性膜と、CoFe合金からなる膜厚2nmの強磁性膜を磁界中で成膜した。保護膜および下地膜としては膜厚5nmのTa膜を用いた。

【0070】これら交換結合膜の成膜時の条件(スパッタ条件)は以下の通りである。表1の試料1はArガス圧を5mTorrとして、基板バイアスを100Wかけて成膜した。試料2~4は、Arガス圧を5mTorrとして成膜した。ここで、Arガス圧はできる限り低い方がよい。すなわち、スパッタリングガス圧は、その平均自由行程が短くなるように設定することが好ましい。

【0071】一方、本発明との比較例1として、スパッタ条件をArガス圧20mTorrに変更して、IrMn合金からなる反強磁性膜とCoFe合金からなる強磁性膜を磁界中で成膜した。この際、基板バイアスはかけなかった。

【0072】このようにして得た各交換結合膜の結晶構造をX線回折により解析した。得られた各交換結合膜の結晶構造は、全て(111)面配向を示す面心立方晶構造を有していた。X線回折による(111)ロッキングカーブ半値幅の測定結果とブロック温度、室温での交換結合磁界を表1に示す。

【0073】

【表1】

	材料 No	反強磁性膜の組成 (膜厚: nm)	(111) ロッキング カーブ半値幅(度)	ブロック温度 (℃)	室温での交換 結合磁界(Oe)
実施例1	1	$\text{Ir}_{22}\text{Mn}_{78}$ (10)	3.2	320	550
	2	$\text{Ir}_{23}\text{Mn}_{77}$ (12)	6.0	290	510
	3	$\text{Rh}_{18}\text{Mn}_{82}$ (10)	4.3	260	650
	4	$\text{Ru}_{25}\text{Mn}_{75}$ (10)	3.5	255	580
比較例1	5	$\text{Ir}_{20}\text{Mn}_{80}$ (15)	10.5	220	520

表1から明らかなように、実施例1による各交換結合膜は(111)ロッキングカーブ半値幅が10.0度以下であり、このような交換結合膜は室温で300Oe以上の大きな交換結合磁界と高いブロック温度を示すことが分かる。

【0074】次に、実施例1の試料1、2と比較例1(試料5)に関して、交換結合磁界の温度特性を測定した。その結果を図11に示す。図11から(111)ロッキングカーブ半値幅が10度以下になると、上に凸な良好な交換結合磁界の温度特性を示すことが分かる。

【0075】実施例2

RFスパッタリング法により、Si基板/Ta(5nm)/NiFe(10nm)/CoFe(3nm)/Cu(3nm)/CoFe(2nm)/ $\text{Ir}_{x_1}\text{Mn}_{x_2}$ (xnm)/Ta(5nm)の膜構成を有するスピントラップ膜を作製した。電子顕微鏡の平面観察による電子回折像の代表例を図5に示した。図4はこの場合の結晶構造の模式図である。磁化測定はVSMにより行った。

【0076】IrMn合金からなる反強磁性膜を用いたスピントラップ膜について、MR変化率の膜厚依存性を表

2に示す。全ての試料において、反強磁性膜は面心立方 \* た。

晶構造を有し、(111)面が膜面に平行に成長し、かつ 【0077】

(111)ロッキングカーブの半値幅は 7.0度以下であつ \* 【表 2】

	試 No	IrMn膜厚 (nm)	MR変化率 (%)	交換結合磁界 (Oe)	ロッキング温度 (℃)
実施例 2	6	5.0	7.0	600	260
	7	7.0	6.8	590	280
	8	10.0	6.3	550	300
	9	15.0	5.5	400	320
	10	20.0	4.7	310	320
比較例 2	11	30.0	3.9	250	320

以上のことから、IrMn合金からなる反強磁性膜の膜厚が20nm以下の場合に、優れた交換結合特性と4%以上の高いMR変化率を示すことが分かる。

#### 【0078】実施例3

DCマグネトロンスパッタ法により、成膜時のArガス圧、下地膜などを変えて様々な平均結晶粒径を有する交換結合膜を作製した。膜構成は、実施例2と同様に、Si基板(またはMgO(111)基板)/NiFe(10nm)/CoFe(1nm)/Cu(3nm)/CoFe(2nm)/Ir<sub>22</sub>Mn<sub>78</sub>(またはRh<sub>19</sub>Mn<sub>81</sub>)/Ta(5nm)とした。それぞれの試料における平均結晶粒径は、X線回折より得られたメインピークの半値幅より、Scherrerの式で評価した。

【0079】交換結合磁界と平均結晶粒径との関係を図12に示す。図12には(111)配向したIrMn合金(黒丸)およびRhMn合金(白丸)を用いた場合の実測値を示した。なお、図中の点線は理論値である。図12から明らかなように、およそ平均結晶粒径を50nm以下とすることにより、実質的な交換結合磁界を得ることができることが分かる。ただし、実測値から分かるように、平均結晶粒径が3nmより小さくなってしまうと、交換結合磁界は著しく低下してしまう。

#### 【0080】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の交換結合膜によれば、耐食性や熱特性に優れるMn合金からなる反強磁性膜の配向性および結晶性を高めたことに基づいて、ブロッキング温度や交換結合磁界などの交換結合特性をより一層向上させることが可能となる。そして、このような交換結合膜を用いた本発明の磁気抵抗効果素子によれば、良好な特性および長期信頼性を安定して得ることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の交換結合膜の一実施形態の構成を示

す断面図である。

【図2】 本発明の交換結合膜における反強磁性膜の配向性を確認するための他の方法として示した電子線回折像を示す図である。

【図3】 図2に示す電子線回折像で反強磁性膜の配向性を確認するための方法を説明するための図である。

【図4】 本発明の交換結合膜における反強磁性膜の面内配向性の一例を示す図である。

【図5】 図4に示す反強磁性膜の面内配向性を確認するための電子線回折像を示す図である。

【図6】 本発明の磁気抵抗効果素子をGMR素子に適用した一実施形態の概略構造を示す断面図である。

【図7】 図6に示すGMR素子の変形例を示す断面図である。

【図8】 本発明の磁気抵抗効果素子を使用した録再一体型磁気ヘッドの一実施形態の構成を示す断面図である。

【図9】 図8に示す録再一体型磁気ヘッドの変形例を示す断面図である。

【図10】 本発明の磁気抵抗効果素子を使用した録再一体型磁気ヘッドを搭載した磁気ディスク装置の一構成例を示す斜視図である。

【図11】 本発明の実施例1による交換結合膜の交換結合磁界の温度特性の測定結果を示す図である。

【図12】 本発明の実施例3による交換結合膜の交換結合磁界と平均結晶粒径との関係の示す図である。

#### 【符号の説明】

2……交換結合膜

3……反強磁性膜

4……強磁性膜

10……GMR素子

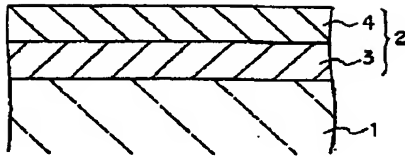
11……スピナルバルブGMR膜

12、14……強磁性体層

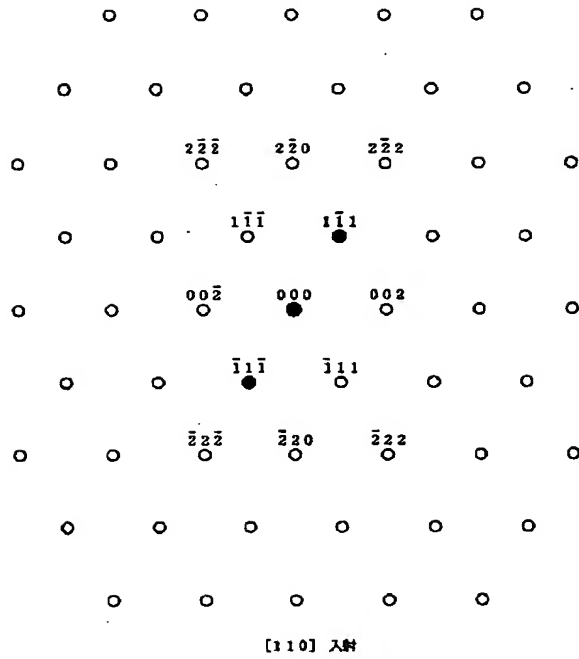
13……非磁性体層

17

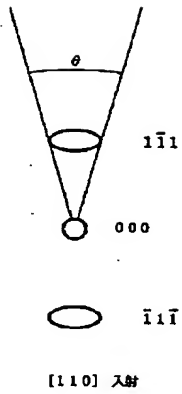
【図1】



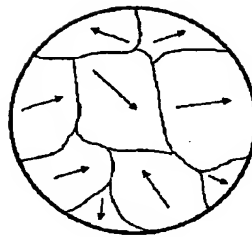
【図2】



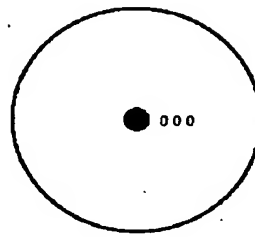
【図3】



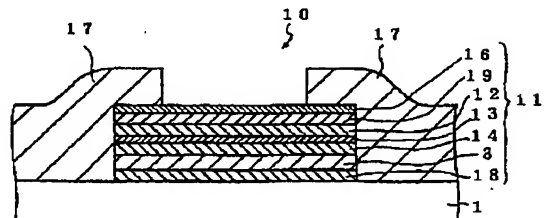
【図4】



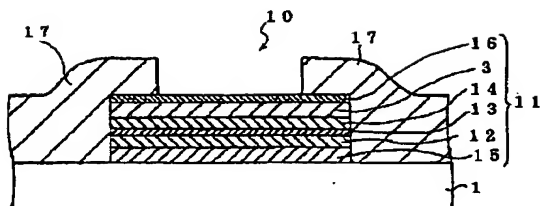
【図5】



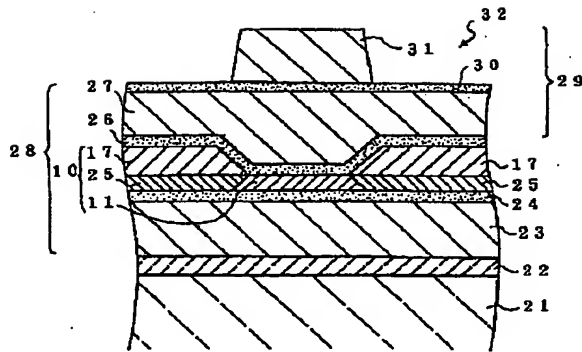
【図7】



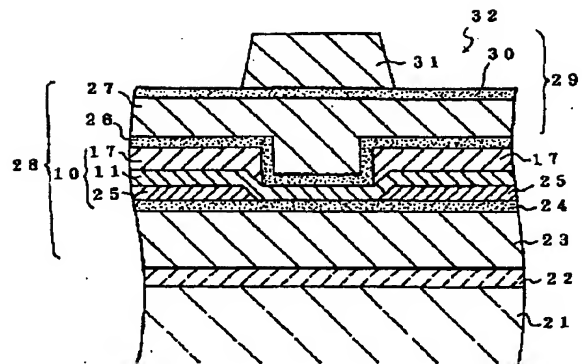
【図6】



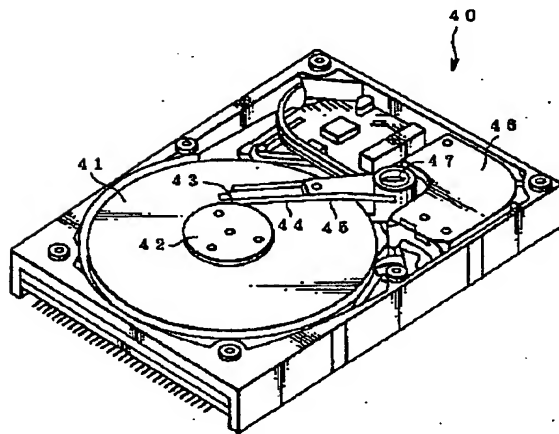
【図8】



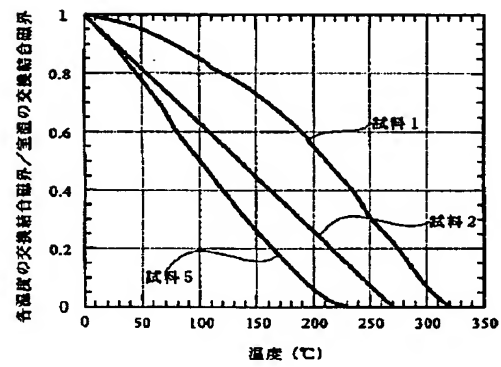
【図9】



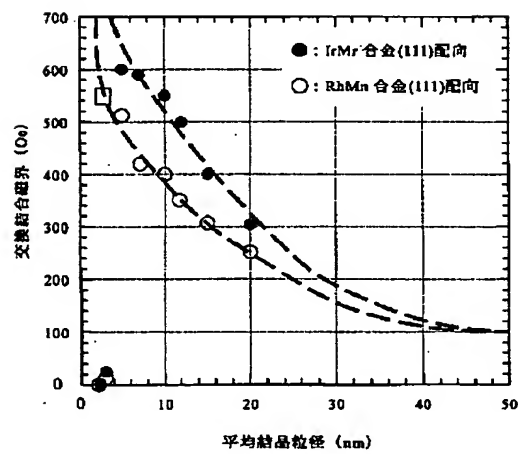
【図10】



【図11】



【図12】



フロントページの続き

(72)発明者 斉藤 和浩  
神奈川県川崎市幸区堀川町72 株式会社東  
芝川崎事業所内

(72)発明者 岩崎 仁志  
神奈川県川崎市幸区堀川町72 株式会社東  
芝川崎事業所内

Fターム(参考) 5D034 BA05 BA08 CA02  
5E049 AA04 AC00 AC05 BA12